



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑳ Aktenzeichen: 196 21 088.7  
㉔ Anmeldetag: 24. 5. 96  
㉕ Offenlegungstag: 27. 11. 97

DE 196 21 088 A 1

㉚ Anmelder:  
Polymer Engineering GmbH, 07407 Rudolstadt, DE  
  
㉛ Vertreter:  
G. Koch und Kollegen, 80339 München

㉜ Erfinder:  
Erfinder wird später genannt werden  
  
㉞ Entgegenhaltungen:  
DE 24 17 003 C2  
US 23 61 717

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉟ Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polyamiden

㊱ Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur kontinuierlichen Herstellung von Polyamiden, deren monomeres Ausgangsmaterial bis zu 100% aus adipinsäurem Hexamethyldiamin und Wasser besteht, gekennzeichnet dadurch, daß die erste Verfahrensstufe unter Druck bei Temperaturen zwischen 180 und 280°C geschlossen durchgeführt wird und nach dem Durchlauf anschließend das Polyamid weiteren Verfahrensstufen zugeführt wird, in welchen jeweils zu Beginn dieser Stufen das verdampfte Wasser entfernt oder mit Inertgas ausgetrieben wird.

DE 196 21 088 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur kontinuierlichen Herstellung von Polyamiden, deren monomeres Ausgangsmaterial bis zu 100% aus adipinsäurem Hexamethyldiamin und Wasser besteht.

Für die Polymerisation von adipinsäurem Hexamethyldiamin (AH-Salz) oder Adipinsäure und Hexamethyldiamin wird bekannterweise als Ausgangsprodukt eine wäßrige AH-Salzlösung, die in einem Druckreaktor auf eine Temperatur im Bereich von 220–280°C erwärmt wird, eingesetzt, mit dem Ziel, ein AH-Vorkondensat herzustellen, bei welchem die NH<sub>2</sub>-Gruppen des Hexamethyldiamins mit den COOH-Gruppen der Adipinsäure reagiert haben.

Es ist bekannt, daß die wäßrige adipinsäure Hexamethyldiaminlösung unter einem Druck, der kleiner als der aus der Lösung entstehende Dampfdruck ist, bei gleichzeitiger Verdampfung des Wassers erwärmt wird, das am leichtesten flüchtige, ausgetriebene Hexamethyldiamin in einer Kolonne zurückgehalten und dem Polymerisationsprozeß wieder zugeführt wird (US-PS 2 689 839; US-PS 3 960 820). Bei der Entspannung eines solchen Vorkondensats kann Hexamethyldiamin in geringem Umfang entweichen. Zum Ausgleich des viskositätsabsenkenden Säureüberschusses wird Hexamethyldiamin im Überschuß zugesetzt (US 3 193 535; DE 24 17 003). Eine Entwässerung und Nachkondensation der Polyamidschmelze wird nach bekannten Verfahren vorgenommen.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, durch die geschlossene Fahrweise des Polymerisationsreaktors unter dem vollen, sich bei entsprechender Reaktionstemperatur einstellenden Druck, die vollständige Umsetzung der NH<sub>2</sub>-Gruppen des Hexamethyldiamins und der COOH-Gruppen der Adipinsäure zu erreichen.

Diese Aufgabe wird durch die im Patentanspruch 1 angegebenen Merkmale gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird die erste Verfahrensstufe unter Druck bei Temperaturen zwischen 180 und 280 Grad Celsius geschlossen durchgeführt und nach dem Durchlaufen wird anschließend das Polyamid weiteren Verfahrensstufen zugeführt, in welchen jeweils zu Beginn dieser Stufen das verdampfte Wasser entfernt oder mit Inertgas ausgetrieben wird.

Die Prozeßführung bei der kontinuierlichen Herstellung von Polyamiden wurde erfindungsgemäß so gestaltet, das Polyamid 6,6 und Copolyamid vom Typ Polyamid 6/Polyamid 6,6 in den beschriebenen Behandlungsstufen hergestellt werden kann.

In einem solchen Polymerisationsreaktor werden die folgenden Verfahrensstufen durchgeführt:

- a) Vorwärmung der Ausgangsprodukte,
- b) Polymerisation der Ausgangsprodukte in einer Druckstufe ohne Wasseraustreibung zu einem Vorpolymerisat bzw. Vorkondensat, vorzugsweise bei einer Temperatur von 180 bis 220 Grad Celsius,
- c) Entwässerung des Vorpolymerisats bzw. Vorkondensats in einer ein- bis fünfgängigen Rohrschlange, in welcher ein gezielter, langsamer Druckabbau erfolgt, wobei die Rohrschlange so gestaltet wurde, daß sowohl höherviskoses Vorpolymerisat als auch das unter einem höheren Druck stehende niederviskose Vorkondensat problemlos

in den nachfolgenden Druckreaktor gefördert oder gedrückt werden kann,

d) Behandlung des Zwischenprodukts in einem zweiten Druckreaktor mit Wasseraustreibung, wobei das bei der Herstellung von Copolyamid vom Typ Polyamid 6/Polyamid 6,6 mit ausgetriebene Lactam in einer Rektifizierkolonne direkt in die Druckstufe zurückgeführt wird,

e) weitere Entwässerung der polymeren Schmelze wie unter c) beschrieben und Zuführung der polymeren Schmelze zu einem ersten Nachkondensationsreaktor,

f) erste Nachkondensation in einem senkrechten Reaktor bei Temperaturen im Bereich von etwa 210–285°C und bei einer Prozeßführung von oben nach unten, indem dünne Schmelzefilme gebildet und das für den weiteren Polymerisationsprozeß nicht mehr benötigte Wasser ausgetrieben wird,

g) weitere Nachkondensation der Schmelze in nachgeschalteten Reaktoren, sobald hohe Viskositäten zu erreichen sind.

Die Erfindung soll anhand nachstehend aufgeführter Ausführungsbeispiele und unter Verwendung einer Zeichnung näher erläutert werden.

Die Zeichnung zeigt in einer schematischen Darstellung die erfindungsgemäße Anordnung der Verfahrensstufen für die kontinuierliche Herstellung von Polyamiden.

#### Ausführungsbeispiel 1

Es wird hier ein Verfahren und eine Vorrichtung beschrieben, wobei adipinsäures Hexamethyldiamin (AH-Salz) zu Polyamid 6,6 umgesetzt wird. Im Lösegefäß 1 werden dazu 80% AH-Salz und 20% Wasser aufgeschmolzen. Eine Zuführung der Aufschmelzwärme erfolgt über den Wärmetauscher 3 durch Führung des Ansatzes über diesen mittels der Pumpe 2. Die Zuführung von Wasser und AH-Salz in das Lösegefäß 1 erfolgt diskontinuierlich. Im Zwischengefäß für Wasser 4 wird Wasser auf 100°C aufgeheizt und im Behälter für AH-Salz 5 wird die notwendige Menge an AH-Salz vorgelegt. Durch Öffnen der Auslaßventile gelangt das vorgewärmte Wasser in das Lösegefäß 1 und nachdem der Druckausgleich hergestellt ist, fällt das AH-Salz unter Wirkung der Schwerkraft in den Aufschmelzteil des Lösegefäßes 1. Das Lösegefäß 1 ist immer inertisiert. Die Beheizung des Lösegefäßes 1, des Wärmetauschers 3 und des Zwischengefäßes für Wasser 4 erfolgt über einen Wärmeträger. Dem Produktionskreislauf wird kontinuierlich mit dem Pumpenkopf 6,2 die für den Polymerisationsprozeß notwendige wäßrige AH-Salzlösung entnommen. Vor Eintritt in den Druckreaktor 8 wird die wäßrige AH-Salzlösung im Wärmetauscher 7 vorgewärmt. Im Druckreaktor 8, der ohne Entgasung gefahren wird, stellt sich ein Druck von 26 bar (ü) ein. Das so hergestellte niederviskose Polymerisat mit einer Lösungviskosität von 1,09 wird durch den im Druckreaktor 8 herrschenden Druck niveaugeregt über das Regelventil 9 und die Schmelzetrocknungsstrecke 10 in einen zweiten Druckreaktor 11 gefördert.

In der Schmelzetrocknungsstrecke 10 wird das Vorpolymerisat auf 280°C erwärmt, wobei gleichzeitig das im Überschuß vorhandene Wasser verdampft wird. Dieses Vorpolymerisat wird im Druckreaktor 11 auf einen Druck von 3 bar (ü) entspannt, wobei zur besseren Wasserausgasung das Vorpolymerisat über eine Entga-

sungsfläche geführt wird. Das überschüssige Wasser wird druckgeregelt über das Regelventil 13 und die Abtauchung 14 aus dem Prozeß abgeführt. Die Rektifizierkolonne 12 wird bei diesem Verfahren nicht betrieben und ist auf Durchgang geschaltet. In dieser Druckstufe entsteht ein Polymerisat mit einer Lösungsviskosität von 1,5. Dieses Polymerisat wird niveaugeregelt über das Regelventil 15 und die Schmelzetrocknungsstrecke 16 in einen Nachkondensationsreaktor 17 gefördert, der unter Normaldruck arbeitet. In der Schmelzetrocknungsstrecke 16 wird das noch im Überschuß vorhandene Wasser verdampft, das auf der Entgasungsfläche im Nachkondensationsreaktor 17 aus der Schmelze ausgetrieben wird.

Zum Austreiben dieses Wassers wird heißer Stickstoff, der im Wärmetauscher 18 vorgewärmt wurde, durch den Nachkondensationsreaktor 17 geleitet. Stickstoff und Wasser werden über die Abtauchung 20 aus dem Prozeß abgeführt. Die Rektifizierkolonne 19 wird bei diesem Verfahren nicht betrieben und ist wie am Druckreaktor 11 auf Durchgang geschaltet.

Es wird eine Polyamid 6,6-Schmelze, die eine Lösungsviskosität von 2,6 aufweist, mittels Austragspumpe 21, einer Zahnpumpe, aus dem Nachkondensationsreaktor 17 ausgetragen.

Anstelle einer 80%-igen wäßrigen AH-Salzlösung kann auch eine wäßrige AH-Salzlösung mit einer handelsüblichen Konzentration von 60% eingesetzt werden, wodurch der vorangehend beschriebene Löseprozeß vor dem Pumpenkopf 6,2 entfallen würde. Dieser Vorteil ist jedoch verbunden mit einem erheblichen größeren Energiebedarf.

#### Ausführungsbeispiel 2

Es soll ein Polyamid 6,6 mit einer Lösungsviskosität von 3,3 hergestellt werden. Eingesetzt wird eine etwa 60%-ige wäßrige AH-Salzlösung, die im Lösegefäß 1 bei einer Produkttemperatur von 90°C gelagert wird. Mit dem Pumpenkopf 6,2 wird die AH-Salzlösung direkt aus dem Lösegefäß 1, über den Wärmetauscher 7, wie bereits im Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, in den Druckreaktor 8 gefördert. Da kein  $\epsilon$ -Caprolactam gefördert wird, ist der Kolbenhub des Pumpenkopfes 6,1 auf 0 gestellt. Es folgt die gleiche technologische Einstellung und Verfahrensweise wie im Ausführungsbeispiel 1 beschrieben.

Um die Lösungsviskosität am Austritt des Nachkondensationsreaktors 17 von 2,6 auf 3,3 anzuheben, ist das Zuschalten von zwei weiteren Nachkondensationsreaktoren analog der Ausführung des Nachkondensationsreaktors 17 notwendig.

#### Ausführungsbeispiel 3

Aus  $\epsilon$ -Caprolactam und AH-Salz soll erfindungsgemäß ein Copolyamid hergestellt werden. Es wird eine 60%-ige wäßrige AH-Salzlösung eingesetzt, die im Lösegefäß 1 gelagert wird. Das  $\epsilon$ -Caprolactam wird einem Lagertank entnommen. Beide Produkte werden mit einer Doppelkolbenpumpe gefördert. Die Dosierung des  $\epsilon$ -Caprolactams erfolgt mit dem Pumpenkopf 6,1 und der wäßrigen AH-Salzlösung mit dem Pumpenkopf 6,2. Vor Eintritt in den Wärmetauscher 7 werden beide Produkte miteinander vermischt. Es werden 70% AH-Salz und 30%  $\epsilon$ -Caprolactam dosiert, welche im Wärmetauscher 7 vorgewärmt werden.

Die weitere Verfahrensweise erfolgt bis auf das Be-

treiben der Rektifizierkolonnen 12 und 19 analog Beispiel 1.

In den Rektifizierkolonnen 12 und 19 erfolgt eine Trennung des Gasgemisches.  $\epsilon$ -Caprolactam läuft in den Reaktor zurück, Wasser und gegebenenfalls Stickstoff verlassen den Polymerisationsprozeß.

Im Druckreaktor 8 stellt sich ein Druck von 24 bar (ü) ein. Man erhält ein Vorpolymerisat mit einer Lösungsviskosität von 1,13. Nach dem Druckreaktor 11 hat das Polymerisat eine Lösungsviskosität von 1,6 und nach dem Nachkondensationsreaktor 17 eine Lösungsviskosität von 2,6. Der Schmelzpunkt liegt bei 195°C.

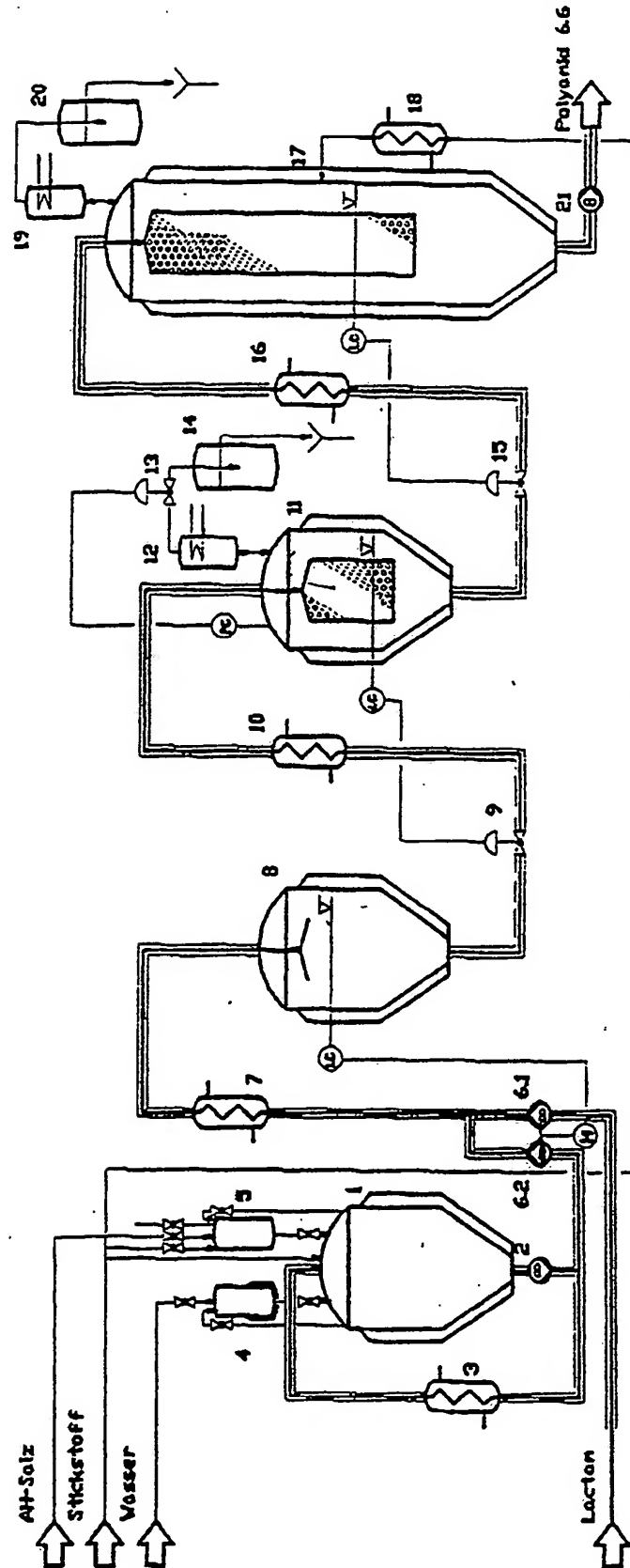
#### Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyamiden, deren monomeres Ausgangsmaterial bis zu 100% aus adipinsäurem Hexamethyldiamin und Wasser besteht, dadurch gekennzeichnet, daß eine erste Verfahrensstufe unter Druck bei Temperaturen zwischen 180 und 280°C geschlossen durchgeführt wird und nach dem Durchlauf anschließend das Polyamid weiteren Verfahrensstufen zugeführt wird, in welchen jeweils zu Beginn dieser Stufen das verdampfte Wasser entfernt oder mit Inertgas ausgetrieben wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei der Herstellung eines Copolyamides unter Zusatz von  $\epsilon$ -Caprolactam mit einem Anteil von 1 bis 99% die erste Verfahrensstufe unter Druck und ohne Entgasung gefahren wird.

3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach dem Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem geschlossen arbeitenden Druckreaktor (8) ein Wärmetauscher (7) vorgeschaltet und mittels beheizter Rohrleitung über eine Druckminder- und Fördereinrichtung (9) und eine Schmelzetrocknungsstrecke (10) ein weiterer Druckreaktor (11) und im folgenden ein Nachkondensationsreaktor (17) nachgeschaltet sind.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen



durchmesser und 2 m Länge. Darin verweilt das Polykondensationsgemisch im Mittel 45 Minuten bei  $280^{\circ}\text{C}$  und 30 Atmosphären Überdruck. Anschließend wird es durch eine Öffnung an der am höchsten gelegenen Stelle des Druckgefäßes durch ein druckgeregeltes Nadelventil in einen mit einer Schutzheizung versehenen Rohrbogen und von dort in ein senkrecht stehendes auf  $290^{\circ}\text{C}$  beheiztes Rohr von 25 mm Durchmesser und 2,5 m Länge entspannt. Sobald die Anlage in Betrieb ist, kann die Schutzheizung des Rohrbogens abgestellt werden. Praktisch unabhängig von der Beheizung stellt sich im Rohrbogen die Sättigungstemperatur von Wasserdampf beim Entspannungsdruck, in diesem Fall 10 atü und  $180^{\circ}\text{C}$ , ein, ohne daß die Polykondensation durch vorzeitiges Festwerden von Polyamid-6,6-Vorkondensat gestört wird. Im nachfolgenden auf  $290^{\circ}\text{C}$  beheizten Wärmeaustauscher werden adiabatisch entspanntes Polykondensat und Wasserdampf unter Verdampfen der Hauptmenge des Wassers auf  $275^{\circ}\text{C}$  erhitzt und gelangen anschließend in ein langgestrecktes Trenngefäß von ca. 10 l Inhalt, dessen Wände auf  $270^{\circ}\text{C}$  gehalten werden. Durch eine Öffnung im oberen Teil des Trenngefäßes entweicht Wasserdampf über ein den Entspannungsdruck aufrechterhaltendes druckgeregeltes Ventil. Die Polymerenschmelze verweilt 15 Minuten im unteren Teil des Trenngefäßes, wird dann über ein zweites Entspannungsventil in eine auf  $290^{\circ}\text{C}$  geheizte Rohrleitung auf Normaldruck entspannt und zusammen mit gebildetem Wasserdampf in einen Doppelschneckenextruder vom Typ ZSK 53 transportiert. Der Doppelschneckenextruder hat eine Länge von 36 D und enthält ca.  $1/3$  Fördererlemente und  $2/3$  Knetelemente. Im Einzugsteil wird der das Polykondensat begleitende Wasserdampf abgetrennt und entweicht durch einen Entgasungsstutzen. Das Polykondensat wird in 20 Minuten mit geringer Rückmischung bei 280 bis  $285^{\circ}\text{C}$  und Normaldruck durch den Doppelschneckenextruder transportiert und in Form eines Stranges ausgetragen. Nach dem Granulieren und Trocknen erhält man ein farbloses Polyamidgranulat vom K-Wert 71. Das Endprodukt kann z.B. im Spritzguß zu Formkörpern mit ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften verarbeitet oder zu Fäden versponnen werden.

Beispiel 2

Man arbeitet wie in Beispiel 1 beschrieben, polykondensiert jedoch 9 kg pro Stunde einer 50 %igen wäßrigen Lösung des Salzes aus äquivalenten Teilen Adipinsäure und 4,4'-Diaminocyclohexylpropan-2,2. Außerdem wird das Verfahren in folgenden Punkten abgeändert: Das Vorkondensat hat nur wenige Minuten Verweilzeit im Trenngefäß für Wasserdampf und Polykondensat und wird unter einem Druck von 50 Torr anstelle von Normaldruck im Doppelschneckenextruder nachkondensiert. Als Endprodukt erhält man ein glasklares Polyamid vom K-Wert 60, das eine Schmelzviskosität von ca. 60 000 Poise besitzt und im Spritzguß zu glasklaren Formkörpern verarbeitet werden kann. Die Herstellung des gleichen Polyamids durch diskontinuierliche Polykondensation in einem Autoklaven ist wegen der hohen Schmelzviskositäten des Endprodukts nicht möglich, vielmehr kann diskontinuierlich nur ein relativ niedermolekulares Vorkondensat hergestellt werden, das durch Tempern im festen Zustand in genügend hochmolekulares Endprodukt überzuführen ist. Dieses Verfahren ist im Vergleich zum kontinuierlichen Verfahren unwirtschaftlich und führt in der zweiten Stufe zur Vergilbung und oxidativen Schädigung des Produkts, weil geringe Spuren Sauerstoff nicht restlos von dem zu tempernden Granulat ausgeschlossen werden können.

Beispiel 3

100 kg pro Stunde einer 60 %igen wäßrigen Lösung des Salzes aus Adipinsäure und Hexamethyldiamin mit einem Überschuß von 1 Gewichtsprozent Hexamethyldiamin werden durch einen Röhrenbündelwärmeaustauscher, der mit einem Diphenyl-Diphenyloxidgemisch von 290°C beheizt wird, auf 280°C erhitzt und von unten nach oben durch ein Druckrohr von 90 mm Durchmesser und 10 m Länge transportiert. Anschließend wird das Polykondensat durch ein druckgeregeltes Ventil in ein sich erweiterndes Verbindungsrohr entspannt, an das ein Wärmeaustauscher, bestehend aus 6 parallel geschalteten Rohren von 16 mm Durchmesser angeschlossen ist. Polykondensat und Wasserdampf durchströmen den Wärmeaustauscher von oben nach unten und werden dabei von

190 auf 280°C erhitzt. Das Polykondensat sammelt sich in einem nachgeschalteten Trenngefäß von ca. 70 l Inhalt. Durch eine Öffnung im oberen Teil des Trenngefäßes wird der Wasserdampf bei einem Druck von 9 atü über ein druckgeregeltes Entspannungsventil abgezogen. In dem Trenngefäß wird ein Stand der Polymerenschmelze von ca. 12,5 l, entsprechend einer Verweilzeit des Polymeren von 15 Minuten, eingehalten. Das Trenngefäß wird auf einer Temperatur von 275°C gehalten. Nach dem Passieren des unteren Teils des Trenngefäßes wird das Polykondensat durch ein zweites Ventil auf Normaldruck entspannt und in einer nachgeschalteten auf 290°C beheizten Rohrschlange auf 280°C erhitzt. Erhitztes Polykondensat und Wasserdampf gelangen in eine Reaktionsschnecke vom Typ ZDSR 130 und werden dort bei einer Verweilzeit von 30 Minuten, einer Temperatur von 280 bis 285°C und Normaldruck nachkondensiert. Das Endprodukt wird in Form von Strängen abgezogen, mit Wasser gekühlt, abgeschlagen und getrocknet. Man erhält farbloses Polyamid-6,6-Granulat vom K-Wert 72, das zu Formkörpern oder Fäden mit ausgezeichneten Eigenschaften weiter verarbeitet werden kann.

Patentansprüche

1) Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen von Polyamiden durch fortlaufendes Bewegen der wäßrigen Lösung eines Salzes aus im wesentlichen äquivalenten Mengen eines Diamins oder einer Mischung aus mehreren Diaminen und einer Dicarbonsäure oder einer Mischung mehrerer Dicarbonsäuren oder Mischungen dieser Salze mit Lactamen und/oder Amino-carbonsäuren durch mehrere Reaktionszonen unter polyamid-bildenden Bedingungen, wobei man das Gemisch der Ausgangs-stoffe in einer ersten Reaktionszone auf Temperaturen von 200 bis 300°C, vorzugsweise 220 bis 280°C bei Drücken, die über dem entsprechenden Sättigungsdampfdruck des Wassers liegen und die Bildung einer Dampfphase verhindern, erhitzt, in einer zweiten Reaktionszone das Polykondensationsgemisch entspannt und anschließend in weiteren Reaktionsstufen zu hochmolekularen Polyamiden auskondensiert, dadurch gekenn-zeichnet, daß

- a) das Gemisch der Ausgangsstoffe in der ersten Reaktions-zone solange erhitzt wird, bis mindestens ein Umsatz der Polykondensation von 80 % und vorzugsweise 90 % er-reicht ist,
- b) das Polykondensationsgemisch in der zweiten Zone auf Drücke, die 3 Atmosphären und vorzugsweise 5 Atmosphären nicht unterschreiten und 20, vorzugsweise 15 Atmosphären nicht überschreiten, auf Temperaturen von weniger als 215°C, vorzugsweise 210°C adiabatisch entspannt wird,
- c) das Polykondensationsgemisch anschließend in einer dritten Reaktionszone, vorzugsweise zusammen mit dem bei der adiabatischen Entspannung gebildeten Wasser-dampf, unter Zufuhr von Wärme und Verdampfen der Haupt-menge des Wassers bei Entspannungsdruck oder einem niedrigeren Druck innerhalb von weniger als 5 Minuten und vorzugsweise weniger als 1 Minute in einem Wärme-austauscher, bestehend aus parallel geschalteten Wärme-austauschelementen auf Temperaturen von 220 bis 330°C, vorzugsweise 250 bis 300°C erhitzt wird,



- d) in weiteren Reaktionsschritten unter den am Ende der dritten Reaktionszone herrschenden Bedingungen und zuletzt in an sich bekannter Weise zu hochmolekularen Polyamiden auskondensiert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polykondensationsgemisch nach Passieren der dritten Reaktionszone in einer vierten Reaktionszone ohne Zufuhr von Wärme unter den am Ende der dritten Reaktionszone herrschenden Bedingungen vom Wasserdampf abgetrennt, anschließend adiabatisch auf Drücke unter 3 Atmosphären, vorzugsweise Normaldruck oder verminderten Druck entspannt und unter diesen Bedingungen, gegebenenfalls unter erneuter Wärmezufuhr, zu hochmolekularen Polyamiden auskondensiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung einer wäßrigen Lösung aus im wesentlichen äquivalenten Mengen an Hexamethyldiamin und Adipinsäure in der ersten Reaktionszone bei Temperaturen von 220 bis 250°C bis zu einem Umsatz der Polykondensation von 90 % kondensiert wird, das Polykondensationsgemisch in der zweiten Reaktionszone adiabatisch auf Temperaturen von 180 bis 200°C entspannt und anschließend zusammen mit dem bei der adiabatischen Entspannung gebildeten Wasserdampf in der dritten Reaktionszone unter Wärmezufuhr in einem Wärmeaustauscher mit parallel geschalteten Wärmeaustauschelementen bei Verweilzeiten von weniger als einer Minute auf Temperaturen von 260 bis 290°C erhitzt wird.

BASF Aktiengesellschaft

ha